Otrzymywanie wysokoprocentowego koncentratu
z rudy kwaśną metodą siarczanową

Proces otrzymywania koncentratu składa się z następujących etapów:

1. Trawienie,
2. Ługowanie
3. Wydzielanie podwójnych siarczanów
4. Kaustyfikacja - konwersja
5. Odzysk pierwiastków grupy itrowej
6. Absorpcja fluorowodoru.

ad. 1. Do reaktora wstępnego trawienia (rys 1) dozuje się odpowiednią ilość wstępnie wzbogaconej rudy i wodę, otrzymując pulpę, a następnie dozuje się kwas siarkowy, w takiej ilości, aby efektywne stężenie H_2SO_4 wynosiło 50 - 60%. Temperaturę w reaktorze podnosi się do wartości 110 - 120°C, ogrzewając przy pomocy pary 6 atn /grzanie pośrednie - wężownica/, przepuszczając przez reaktor przy pomocy bełkotki ogrzane uprzednio sprężone powietrze realizuje się mieszanie zawartości reaktora.
Czas trawienia - 3 godziny.
W trakcie trawienia wstępnego zachodzą następujące rekacje:

$$Me_2/CO_3/ + 3H_2SO_4 \longrightarrow Me_2/SO_4/_3 + 3CO_2 + 3H_2O$$

$$2MeF_3 + 3H_2SO_4 \longrightarrow 3Me_2/SO_4/_3 + 6HF$$

$$4HF + SiO_3 = SiF_4 + 2H_2O$$

$$H_2SO_4 \longrightarrow SO_3 + H_2O$$

Zasadniczym celem trawienia wstępnego jest rozkład węglanów zawartych w rudzie.
Po wytrawieniu wstępnym i rozdzieleniu faz /nr 7/, faza stała kierowana jest do reaktora trawienia /nr 1/, gdzie następuje zasadniczy proces. Temperatura w reaktorze wynosi około 110 - 120°C, /reaktor grzany jest przeponowo parą

6 atn/, czas trawienia wynosi 4 godziny. Czynnikiem trawiącym jest filtrat uzyskany w wyniku rozdziału faz po trawieniu wstępnym, uzupełniany świeżym kwasem siarkowym. Zawartość reaktora mieszana jest mechanicznie /obroty mieszadła około 300 obr/minutę/.
Po wytrawieniu następuje rozdział faz i fazę stałą poddaje się procesowi ługowania.

ad.2. Ługowanie przeprowadza się w reaktorze nr 9 przy pomocy zimnej wody. Celem ługowania jest zwiększenie rozpuszczalności siarczanów lantanowców i przeprowadzenie ich z fazy stałej do fazy ciekłej. Wodę przeznaczoną do ługowania dzieli się na dwie części, jedna część do zasadniczego ługowania, druga natomiast służy do przemycia osadu i jest wykorzystywana do ługowania zasadniczego w następnym etapie. Stosunek fazy stałej do ciekłej podczas ługowania wynosi 1 : 10. Czas ługowania około 30 minut.
Po rozdziale faz /nr 14/ osad barytocelestynu kierowany jest do odrębnej przeróbki, natomiast filtrat kierowany jest do wydzielania podwójnych siarczanów.

ad. 3. W reaktorze nr 4 następuje wytrącanie podwójnych siarczanów lantanowcowo - sodowych wg schematu:

$$Ln_2/SO_4/_3 + 2Na_2SO_4 = Ln_2/SO_4/_3 \cdot 2Na_2SO_4$$

Proces wytrącania prowadzi się przy wolnych obrotach mieszadła /30 obr/min/, w temperaturze 60°C i pH = 1,8. Czynnikiem strącającym może być roztwór Na_2SO_4 o stężeniu 25 - 40 g/l , a najlepiej stosować jest sodę w postaci stałej. Czas operacji - około 30 minut.
Po rozdziale faz oddzielnie przerabianeł są zarówno faza stała jak i faza ciekła.

ad. 4. Otrzymany w wyniku procesu osad siarczanów lantanowco-sodowych poddawany jest kaustyfikacji w reaktorze nr 11. Proces ten przebiega wg schematu:

$$Ln_2/SO_4/_3 \cdot 2Na_2SO_4 + 6NaOH = 2Ln/OH/_3 + 5Na_2SO_4$$

Proces prowadzi się w temperaturze wrzenia, w czasie 4 godzin przy użyciu 30% ługu sodowego.
Po zakończeniu konwersji i rozdziale faz /16/ osad wodorotlenków przemywa się 2% roztworem NH_4OH. Osad po wysuszeniu stanowi wysokoprocentowy koncentrat lantanowców.

ad. 5. Faza ciekła pozostała po oddzieleniu osadu siarczanów lantanowe - sodowych zawiera kilka procent pierwiastków grupy itrowej, które należy wyodrębnić z roztworu.
W tym celu roztwór ten w reaktorach nr 17 poddawany jest działaniu gorącego kwasu szczawiowego i uzyskuje się w ten sposób osad szczawianów lantanowców w myśl reakcji:

$$Ln_2(SO_4)_3 + 3H_2C_2O_4 = Ln_2(C_2O_4)_3 + 3H_2SO_4$$

Proces prowadzi się w temperaturze około 80°C wytrącając osad nasyconym na gorąco roztworem kwasu szczawiowego.

ad. 6. Wydzielające się w procesie trawienia gazy zawierają związki fluoru, które przed wyrzuceniem gazów do atmosfery muszą być z nich usunięte. W tym celu gazy kieruje się do kolumny z wypełnieniem, gdzie są zraszane roztworem ługu sodowego. Otrzymuje się wodny roztwór sodowych soli fluoru i krzemionkę oraz gazy pozbawione szkodliwych zanieczyszczeń.

Krótka charakterystyka aparatury stosowanej do otrzymywania koncentratów lantanowców

Lp.	Nr wg schematu	Nazwa aparatu	Materiał wnętrza	Uwagi
1.	1	Reaktor trawienia	stal k.o.	
2.	2	Reaktor wstępnego trawienia	wyołowiony	
3.	4	Reaktor strącania podwójnych siarczanów	autoklaw emaliowany	
4.	9	Reaktor ługowania siarczanów	stal k.o.	
5.	11	Reaktor konwersji siarczanów	stal	
6.	17	Reaktor strącania siarczanów	wygumowany	
7.	19	Reaktor przygotowania roztworu $H_2C_2O_4$	stal k.o.	
8.	3	Reaktor zobojętniania wyczerpanej kąpieli trawiącej	wygumowany	
9.	10	Zbiornik ługu do konwersji	stal k.o.	
10.	15	Mieszalnik przygotowania 2% roztworu NH_3	emaliowany	
11.	21	Kolumna do absorpcji	PCW	
12.	22	Odkraplacz	PCW + siatka teflonowa	
13.	23	Reaktor strącania	stal k.o.	

Do rozdziału faz stosowane będą różnego typu urządzenia /7, 8, 14, 16, 24/, takie jak: nucze filtracyjne, filtry próżniowe "Lampart", wirówki celem wytypowania aparatów pracujących najefektywniej.